

Burgers vektor populációk röntgen diffrakciós meghatározása egykristályokban és erősen textúrált anyagokban

A doktori értekezés tézisei

Nyilas Krisztián

Témavezető: Dr. Ungár Tamás



ELTE TTK Fizika Doktori Iskola

Iskolavezető: Dr. Horváth Zsolt

Anyagtudomány és Szilárdtestfizika Program

Programvezető: Dr. Lendvai János

Eötvös Loránd Tudományegyetem

Természettudományi Kar

Fizikai Intézet

2009

Bevezetés

Az anyag számos tulajdonságát befolyásoló kristályhibák többféle módon is megfigyelhetők röntgenmérésekkel. A kristályhibák hatására a röntgen profilok kiszélesedhetnek, eltolódhatnak. A kiszélesedés két fő csoportra osztható, méret és feszültség miatti szélesedés. Diszlokációk okozta röntgenvonal szélesedés erőteljesen anizotróp, ami azt jelenti, hogy különböző hkl indexű reflexiók kiszélesedése jellegzetes módon igen eltérő. Véletlen texturájú polikristályos anyagok, vagy u.n. porminták esetén egy-egy kiszemelt hkl indexhármassal esetén, a multiplicitásnak megfelelő permutációkra el kell végezni az átlagolást. Ez az átlagolás azt eredményezi, hogy a hkl indexek szerinti anizotróp vonalkiszélesedés mindössze arra enged következtetni, hogy a mintában lévő diszlokációk el illetve csavar jellege milyen mértékben oszlik meg. Bár ez is igen hasznos információ, de messze nem elegendő arra, hogy akár az aktív csúszási rendszereket, akár Burgers vektor populációt határozzunk meg. Ezen utóbbi mikroszerkezeti tulajdonságok meghatározása csak erősen textúrált polikristályok, vagy egykristályok vizsgálata révén lehetséges. Vizsgálataimat, az ezekhez szükséges vizsgálati anyagokat valamint a kifejlesztett eljárásokat ezen, röviden összefoglalt elveknek megfelelően választottam meg illetve végeztem el. Az általam kifejlesztett egyszerű módszerek, és modellek hatékonyságát mutattam meg nagy számú kísérlet segítségével, többféle mintán:

- Magas hőmérsékleten összenyomással plasztikusan deformált germánium egykristály mintákban meghatároztam az aktív csúszási rendszereket és a hozzájuk tartozó Burgers vektor populációkat, valamint vizsgáltam a deformáció inhomogenitását.
- Erőteljesen textúrált plasztikusan deformált NiAl mintákban meghatároztam a különböző szemcsepopulációk diszlokációsűrűségét.
- Cu-Nb multiréteg mintákban meghatároztam az aktív csúszási rendszereket és a hozzájuk tartozó Burgers vektor populációkat.

Alkalmazott módszerek

A dolgozatban közölt röntgen diffrakciós eredmények alapjául szolgáló diffrakciós méréseket egy speciális kétkristályos röntgenkészüléken végeztem el. A Nonius FR591 finomfókuszú röntgenkészülék beállítása: 40 kV és 70 mA volt. A profilokat kétféle detektorral mértem, egyrészt gáztöltésű lineáris helyzetérzékeny detektorral (OED 50 Braun, Munich), másrészt imaging plate kétdimenziós detektorral (Fuji BASH). Az instrumentális hatás mindkét esetben jóval a fizikai szélesedés 10%-ánál kisebb volt. A gázdetektoros esetben a minta detektor távolság 420 mm volt, az imaging plates esetben 700 mm. A reciprok tér térképek felvételekor a mért kristályt 15 különböző ω pozícióban mértem a rocking görbén belül. A nyaláb mérete a mintán $0.1 \times 0.6 \text{ mm}^2$ volt. Ez a kis méret lehetővé tette, hogy a mintán térben pártázhassak a minta mozgatásával. Ezen mérésekkor a mintát úgy orientáltam, hogy a nyaláb hosszabb oldalával párhuzamosan helyezkedjenek el a csúszási vonalak amelyek láthatóak voltak a minta felületén. Ezen geometria lehetővé tette, hogy a mintában lévő inhomogenitást illetve a mikroszerkezeti fluktuációt vizsgálhassam.

A mért profilok kiértékelését az Ungár és Ribárik által kifejlesztett számítógépes programcsomag (MWP) segítségével végeztem el. (metal.elte.hu)

Tézisek

1. Germánium egykristályokon végzett vizsgálatok eredményei [1]:

- a) Magas hőmérsékleten összenyomással plasztikusan deformált, u.n. egyszeres csúszásra orientált germánium egykristály mintákban meghatároztam az aktív csúszási rendszereket valamint a hozzájuk tartozó Burgers vektor populációkat. Azt találtam, hogy a deformáció mértékének növekedésével az aktív csúszási rendszerek száma csökken. Ez arra utal, hogy a vizsgált deformációs tartományban, a deformáció mértékének növekedésével a deformáció a legnagyobb Schmid faktorral rendelkező, egyetlen csúszási rendszerre koncentrálódik.
- b) Megállapítottam, hogy a germánium mintákban létrejövő deformáció erőteljesen inhomogén. Az inhomogenitást több skálán is kimutattam. Megmutattam, hogy a minták széle felé haladva a diszlokációsűrűség növekszik. Reciprok-tér térképek segítségével és a mintákon való térbeli pásztázással megmutattam, hogy a minták a deformáció és a deformáció határfeltételei miatt mozaik blokkokra esnek szét.

2. $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ és $\langle 111 \rangle$ textúrájú, erőteljesen textúrált, 6 illetve 30% összenyomással plasztikusan deformált NiAl minták vizsgálata során a következő eredményeket kaptam [2]:

- a) Az eltérő textúra komponensekhez tartozó krisztallitok "puha" illetve "kemény" krisztallitokként viselkednek a külső terhelés irányához viszonyítva. Az összenyomás irányára merőleges illetve azal párhuzamos lapokon mért vonalkiszéledések eltérő viselkedése alapján meghatároztam a mintákban lévő különböző textúra komponensekben, nevezetesen a "puha" illetve "kemény" szemcsékben, az eltérő diszlokáció sűrűségeket. A "multiple whole profile" (MWP) teljes profil illesztési eljárás segítségével a mért profilokhoz egyedi diszlokáció kontraszt faktorokat határoztam meg. A

különböző textúra komponensek különböző szemcse populációihoz más-más kontraszt faktorok tartoznak. A különböző szemcsepopulációkban lévő diszlokációsűrűségeket a megfelelő mért és számolt egyedi kontraszt faktorok összevetéséből határoztam meg.

- b) Egy úgynevezett pszeudó Williamson-Hall ábrán különböző szemcsepopulációkhoz tartozó profilok szélesedését ábrázoltam. Ezen ábra segítségével a különböző szemcsékben lévő diszlokációsűrűségk kvalitatív arányait mutattam meg.
- c) Azt találtam, hogy az u.n. kemény szemcsékben, amelyek $\langle 100 \rangle$ orientációjúak, a diszlokációsűrűség körülbelül a fele akkora, mint a puha szemcsékben, kivéve a 6% deformációjú $\langle 111 \rangle$ textúrájú mintát, amelyben a puha szemcsék random orientációjának adódnak. Ez azért van, mert ezen textúrában két dolog is akadályozza az $\langle 111 \rangle$ Burgers vektorok aktivációját: az egyik a kicsiny Schmid faktor, a másik pedig a Burgers vektor nagy abszolút értéke.
- d) Vizsgáltam a diszlokációk rugalmas tárolt energiáját és ennek kapcsolatát a diszlokációsűrűséggel. Azt találtam, hogy a diszlokáció sűrűséget és így a tárolt energiát is sokkal inkább a Schmid törvény és a csúszási geometria, mint a rugalmas tárolt energia minimuma szabályozza. Ez az eredmény azt jelenti, hogy a képlékeny alakváltozás során a rendszer sajátenergiája alárendelt szerepet játszik az alakváltozás geometriai kényszereihez képest.

3. CuNb multiréteg minták vizsgálata során a következő eredményeket kaptam [3]:

- a) A röntgenvonalprofil analízis alapján azt kaptam, hogy Cu-Nb multirétegek kiindulási állapotában a diszlokációsűrűség, mindkét réteg típusban, mintegy $2 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}$, igen nagy értékeket ér el. Ez összhangban van azzal, hogy az egymáshoz a Kurdjumov-Sachs szabályok szerint illeszkedő, erőteljesen textúrált rétegek nagy illeszkedési hibája diszlokációk beépülése révén relaxálódik.

- b) Megállapítottam, hogy a multirétegek további deformációja során a kezdeti igen nagy diszlokációsűrűség egyszerűen nem tud tovább növekedni. A diszlokációsűrűség lényegében nem változik a hengerlés hatására egyik rétegben sem. Ez a jelenség azzal függ össze, hogy a deformáció során ugyan hatalmas diszlokációfluxus megy keresztül az anyagon, de a diszlokációk folyamatos annihilációja következtében a diszlokációsűrűség nem növekszik. A deformáció során, a rendszer a diszlokációsűrűség szempontjából stacionárius állapotban van.
- c) A Burgers vektor analízis alapján azt találtam, hogy a kiindulási állapotban mindkét rétegben a fólia síkjában vannak a Burgers vektorok, és a réz rétegben így is maradnak a hengerlés után is. A nióbbium rétegben azonban a deformáció hatására randomizálódnak a diszlokációk, és megjelennek olyan Burgers vektorok is, amelyek már nincsenek a fólia síkjában. Megállapítottam, hogy ez utóbbiak csak a hengerlés során fellépő diszlokációreakcióval jöhetnek létre.

A tézisek alapjául szolgáló publikációk

1. **K. Nyilas**, C. Dupas, T. Kruml, L. Zsoldos, T. Ungár, J.L. Martin: "Dislocation structures and mechanical behaviour of Ge single crystals deformed by compression." Mat. Sci. Eng. A 387-389 25-28 (2004)
2. T. Ungár, **K. Nyilas** , W. Skrotzki , "Dislocation densities in soft and hard oriented grains of compressed NiAl polycrystals" Int. J. Mater. Res. 99 725-733 (2008)
3. **K. Nyilas**, A. Mistra and T. Ungár: "Micro-strains in cold rolled Cu-Nb nanolayered composites determined by X-ray line profile analysis" Acta Materialia 54, Issue 3, Pages 751-755, February 2006